



Рис.1. а) Фотографии частиц и дифрактограммы проб образцов, полученных при обработке сульфата оксонеодима в потоке водорода при 1020 К в течение 20 мин.; б) 40 мин. Условные обозначения: индексы Миллера фаз – 011 - $\text{Nd}_2\text{O}_2\text{S}$, 110 - $\text{Nd}_2\text{O}_2\text{SO}_4$

Фотографии получены на атомно-силовом зондовом микроскопе Ntegra Aura.

Проведены исследования формы и размеров частиц сульфата оксонеодима, обработанного в потоке водорода в течение 20 и 40 минут. На фотографиях четко видна трансформация зерен $\text{Nd}_2\text{O}_2\text{SO}_4$.

Работа выполнена при поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы ГК № 6к 143 – 09 (П 646)

ГЕЛЬ-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ В ЦИТРАТНОМ ЭЛЕКТРОЛИТЕ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КОБАЛЬТ- ВОЛЬФРАМОВЫХ ПОКРЫТИЙ

Лопатина О., Пшеничная М.

Приднестровский государственный университет
г. Тирасполь, ул. 25 Октября, 128

В различных отраслях промышленности широко применяются электролитические покрытия, обладающие высокой коррозионной стойкостью, твердостью и т.д. Этим требованиям в наибольшей степени удовлетворяют электролитические хромовые покрытия. Однако, соедине-

ния из которых они получают, содержат шестивалентный хром, который относят к экологически вредным веществам.

Электролитические покрытия сплавами на основе тугоплавких металлов (W, Mo) с металлами группы железа (Co, Ni, Fe), получаемые из цитратных растворов, благодаря своим функциональным свойствам являются наилучшей заменой электролитическим хромовым. Как правило, такие покрытия являются нанокристаллическими, что обуславливает их хорошие функциональные свойства. Настоящая работа посвящена детальному исследованию состава цитратного электролита, используемого для получения нанокристаллических Co-W покрытий.

В качестве основного, в работе использовался раствор электролита, следующего состава *моль/л*: Na_2WO_4 (0,2); CoSO_4 (0,2); H_3BO_3 (0,65); $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (0,04); $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ (0,25) при различных значениях pH (5; 7; 8).

Для детального исследования состава электролита, его подвергали гель-хроматографическому разделению на компоненты в зависимости от их молекулярной массы, причем соединения с большей молекулярной массой выходят из колонки быстрее (при меньшем объеме носителя, прошедшего через колонку). Выходящий из хроматографической колонки раствор, разделялся на фракции, которые в дальнейшем использовали в оптических измерениях, а также посредством фотоколориметрирования. Для определения Co^{2+} использовали реакцию с нитрозо-Р-солью, а при определении W использовали его восстановление хлоридом олова (II) в солянокислой среде с последующим образованием окрашенного роданидного комплекса в присутствии хлорида титана (III). Показано соответствие спектрофотометрического анализа W с использованием спектров поглощения в УФ-области и его фотоколориметрического определения.

Показано, что электролит состоит из компонентов с различной молекулярной массой, в том числе имеются компоненты с молекулярной массой, превышающей 1800. Состав компонентов и их молекулярная масса определяются pH раствора. Показано, что W входит как в состав цитратных комплексов с различной молекулярной массой в зависимости от pH, так и в состав Co-W цитратного комплекса. Смешанный Co-W цитратный комплекс с молекулярной массой, превышающей 1800, обнаружен только при pH = 8.

Обнаруженный при pH=8 смешанный кобальт-вольфрамовый комплекс содержит Co и W в мольном соотношении 1:1. На основании полученных результатов делаются выводы о возможном механизме электроосаждения Co-W покрытий.